

(19) BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND

DEUTSCHES

PATENTAMT

(12) Offenlegungsschrift
(10) DE 44 35 376 A 1

(21) Aktenzeichen: P 44 35 376.6
 (22) Anmeldetag: 4. 10. 94
 (23) Offenlegungstag: 27. 4. 95

(51) Int. Cl. 6:
C 08 K 3/22
 C 08 L 101/06
 C 08 L 101/08
 C 09 D 5/24
 C 09 D 201/06
 C 09 D 201/08
 C 09 D 4/02

// C08L 33/00,33/14,67/00,69/00,77/00,71/02,63/10,C08J 3/24,3/28,C09D 133/00,133/14,167/00,169/00,177/00,
171/02,7/12, G03G 5/00,H01L 31/0224,31/0232

(30) Unionspriorität: (32) (33) (31)
 05.10.93 JP P 248902/93 04.03.94 JP P 34752/94

(71) Anmelder:
 Dai Nippon Tero Co., Ltd., Osaka, JP; Mitsubishi
 Materials Corp., Tokio/Tokyo, JP

(74) Vertreter:
 ter Meer, N., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Müller, F.,
 Dipl.-Ing., 81679 München; Steinmeister, H.,
 Dipl.-Ing.; Wiebusch, M., 33617 Bielefeld; Urner, P.,
 Dipl.-Phys. Ing.(grad.); Merkle, G., Dipl.-Ing. (FH),
 Pat.-Anwälte, 81679 München

(72) Erfinder:
 Murouchi, Masato, Tanashi, Tokio/Tokyo, JP;
 Hayashi, Toshiharu, Omiya, Saitama, JP; Nishihara,
 Akira, Omiya, Saitama, JP; Ishihara, Masaoki,
 Utsunamiya, Tochigi, JP

(54) Zusammensetzung zur Bildung leitfähiger Filme

(55) Eine Zusammensetzung zur Bildung transparenter, leitfähiger Filme umfaßt ein zinnhaltiges Indiumoxid (ITO)-Pulver, welches in einer Bindemittellösung dispergiert ist. Die Bindemittellösung umfaßt ein gemischtes organisches Lösungsmittel, bestehend aus mindestens einem polaren Lösungsmittel und mindestens einem nichtpolaren Lösungsmittel, in welchem ein Polymer mit einem gewichtsmittleren Molekulargewicht von 8000 bis 150000 gelöst ist. Das Polymer enthält (a) eine saure funktionelle Gruppe in einem solchen Anteil, daß das Polymer eine Säurezahl von 0,5 bis 15 mg KOH/g besitzt oder (b) eine Polyalkylenglykolkette in einem Anteil von 0,5 bis 40 Gew.-% oder sowohl (a) als auch (b) im Molekül. Alternativ hierzu umfaßt die Bindemittellösung ein durch aktinische Strahlung härtbares Bindemittel, welches eine Acrylat- oder Methacrylatverbindung umfaßt, welche im Molekül eine Säurephosphatgruppe enthält. Mittels der Zusammensetzung kann durch Beschichten ein transparenter, leitfähiger Film mit verbesserten elektrischen und optischen Eigenschaften gebildet werden, das heißt einem Oberflächenwiderstand in der Größenordnung von 10^2 - 10^5 Ω/\square und vorzugsweise 10^2 - 10^3 Ω/\square , einer Durchlässigkeit gegenüber sichtbarem Licht von mindestens 80% und vorzugsweise mindestens 85% und einer Trübung von nicht mehr als 6% und vorzugsweise nicht mehr als 3%.

DE 44 35 376 A 1

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Zusammensetzung zur Bildung elektrisch leitfähiger Filme beziehungsweise Folien auf Basis eines Oxid-Halbleiters, welche auf verschiedenen Gebieten verwendbar sind, wie etwa der Elektrophotographie, als transparente Elektroden, für eine Antistatikbehandlung, die Reflexion von Wärmestrahlen und für einen Oberflächenwärmegenerator.

Transparente Filme aus einem Oxid-Halbleiter besitzen allgemein eine hohe Durchlässigkeit für sichtbares Licht, einen geringen elektrischen Widerstand sowie eine gute Filmfestigkeit und werden weit verbreitet als leitfähige Filme, beispielsweise als transparente Elektroden in Flüssigkristall-Anzeigevorrichtungen, Fenstermaterialien bei Solarzellen, Wärmestrahlen-reflektierende Filme und antistatische Filme verwendet.

Typisch für einen solchen Oxid-Halbleiter ist ein Indium-Zinnoxid (abgekürzt als ITO), welches ein zinnhaltiges Indiumoxid oder, genauer gesagt ein Indiumzinnoxid, welches eine kleine Menge Zinnoxid enthält, ist.

Transparente leitfähige Filme sind herkömmlicherweise hergestellt worden durch (1) ein Trockenverfahren, bei dem ein Film aus einem Metall oder einer anorganischen Verbindung (insbesondere ITO oder ein analoges Halbleitermetalloxid) auf einem Isolationssubstrat mittels Vakuumabscheidung, Sputtern oder Ionenplattierung abgeschieden wird, (2) ein Sol-Gel-Verfahren, bei dem eine Lösung aus einer zersetzbaren Metallverbindung auf ein Substrat aufgetragen und die resultierende Beschichtung getrocknet und calciniert wird, um die Verbindung in ein Metalloxid zu überführen, oder (3) ein Beschichtungsverfahren, bei dem eine farb- oder tuscheähnliche Dispersion aus einem elektrisch leitfähigen Pulver, wie etwa einem ITO-Pulver, in einer Bindemittellösung auf ein Substrat aufgetragen und getrocknet oder gebrannt wird.

Das Trockenverfahren ist am häufigsten bei der Bildung transparenter leitfähiger Filme angewandt worden. Es ist jedoch darin nachteilig, daß die Abscheidungsgeschwindigkeit gering ist und lediglich 40–55% des zugeführten Materials in wirksamer Weise zur Bildung von ITO-Filmen abgeschieden werden. Die Menge an nicht verfügbarem Material erhöht sich weiter, wenn ein Teil des abgeschiedenen Films durch Ätzen entfernt wird, um eine Schaltung oder ein anderes Bild zu erzeugen. Weiterhin erfordert das Trockenverfahren eine komplizierte und teure Ausrüstung.

Das Sol-Gel- und Beschichtungsverfahren leiden beide nicht an diesen Nachteilen. Somit können mittels dieses Verfahren großdimensionierte Filme mit hoher Produktivität unter Verwendung einer relativ simplen Ausrüstung gebildet werden. Weiterhin kann ein Bild, wie etwa ein Schaltkreis, direkt mittels Siebdruck gebildet werden, so daß ein wesentlicher Teil des zugeführten Materials in wirksamer Weise eingesetzt werden kann.

Beim Sol-Gel-Verfahren unterliegt jedoch das Material für das Substrat einer Beschränkung, da die Beschichtung letztendlich bei einer hohen Temperatur, welche gewöhnlicherweise über 400°C liegt, calciniert wird. Daher kann bei diesem Verfahren ein Kunststoffsubstrat nicht eingesetzt werden. Weiterhin ist die bei einer einzigen Auftragung gebildete Filmdicke so gering, daß die Auftragung und die nachfolgenden Trocknungsstufen mindestens einige Male wiederholt werden sollten, um zur Erzielung adäquater Eigenschaften eine ausreichende Filmdicke zu erhalten, was das Verfahren kompliziert macht.

Andererseits kann das Beschichtungsverfahren auf ein Kunststoffsubstrat angewandt werden, da es keine Calcinierungsstufe bei einer hohen Temperatur beinhaltet. Ebenso ist es möglich, einen Film mit einer ausreichenden Dicke durch eine einzige Auftragung zu erzielen. Um jedoch einen transparenten Film durch das Beschichtungsverfahren zu bilden, ist es notwendig, ein ultrafeines ITO-Pulver mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 0,5 µm oder weniger, vorzugsweise 0,2 µm oder weniger, zu verwenden. Da ein solches ultrafeines Pulver eine hohe Neigung zur Agglomeration aufweist, ist es schwierig, das ITO-Pulver gleichmäßig in einer Bindemittellösung zu dispergieren. Als ein Ergebnis davon kann mittels der resultierenden Dispersion ein transparenter leitfähiger Film mit erwünschten Filmeigenschaften nicht gebildet werden. Der ITO-haltige leitfähige Film, welcher aus der Dispersion gebildet wird, besitzt eine Resistivität bzw. einen Widerstand, welcher nicht ausreichend verringert ist, und er weist eine relativ hohe Trübung auf.

Die Dispergierbarkeit eines ultrafeinen ITO-Pulvers kann entweder durch Behandeln des Pulvers mit einem Dispergiermittel, bevor es in einer Bindemittellösung dispergiert wird, oder durch Zugabe eines Dispergiermittels zu der Bindemittellösung verbessert werden. Die Verwendung eines Dispergiermittels macht es jedoch schwierig, den Widerstand des resultierenden Films auf einen erwünschten Wert zu verringern. Es wird angenommen, daß die Dispersion der ITO-Teilchen unter Zuhilfenahme eines Dispergiermittels bewirkt, daß das Bindemittel und das Dispergiermittel durch die Teilchen innig adsorbiert werden unter Ausbildung einer Isolationsschicht auf der Oberfläche jedes Teilchens, wodurch es schwierig wird, den Widerstand eines ITO-Pulver enthaltenden, leitfähigen Films zu verringern.

Es ist ein Ziel dieser Erfindung, eine Zusammensetzung zur Bildung leitfähiger Filme vorzusehen, welche in der Lage ist, einen transparenten leitfähigen Film mit verbesserten elektrischen und optischen Eigenschaften, das heißt einem ausreichend geringen Widerstand und einer hohen Durchlässigkeit gegenüber sichtbarem Licht bei geringer Trübung mittels dem Beschichtungsverfahren unter Verwendung eines ITO-Pulvers zu ergeben.

Ein weiteres Ziel der Erfindung ist es, eine Zusammensetzung zur Bildung leitfähiger Filme vorzusehen, welche in der Lage ist, einen transparenten leitfähigen Film zu ergeben, welcher zusätzlich zu den obengenannten verbesserten Eigenschaften eine hohe Härte und eine geringe Empfindlichkeit gegenüber Kratzern besitzt.

Gemäß einem Aspekt betrifft die vorliegende Erfindung eine Zusammensetzung zur Bildung leitfähiger Filme, welche ein in einer Bindemittellösung dispergiertes, zinnhaltiges Indiumoxid (ITO)-Pulver umfaßt. Die Bindemittellösung umfaßt ein gemischtes organisches Lösungsmittel, welches aus mindestens einem polaren Lösungsmittel und mindestens einem nichtpolaren Lösungsmittel besteht, in welchem ein Polymer mit einem gewichtsmittleren Molekulargewicht von 8.000 bis 150.000 gelöst ist. Das Polymer enthält (a) eine saure funktionelle Gruppe in einem solchen Anteil, daß das Polymer eine Säurezahl von 0,5 bis 15 mg KOH/g besitzt oder (b) eine Polyalkylenglykolkette in einem Anteil von 0,5 bis 40 Gew.-%, oder sowohl (a) als auch (b) im Molekül.

Gemäß einem weiteren Aspekt betrifft die vorliegende Erfindung eine durch aktinische Strahlung härtbare Zusammensetzung zur Bildung leitfähiger Filme, welche ein in einer Bindemittellösung dispergiertes zinnhaltiges Indiumoxid (ITO)-Pulver umfaßt. Die Bindemittellösung umfaßt ein durch aktinische Strahlung härtbares Bindemittel, welches eine Acrylat- oder Methacrylatverbindung umfaßt, die eine Säurephosphatgruppe im Molekül enthält.

Beide der vorgenannten Zusammensetzungen können mittels dem Beschichtungsverfahren einen transparenten leitfähigen Film mit verbesserten elektrischen und optischen Eigenschaften ergeben, das heißt einem Oberflächenwiderstand in der Größenordnung von 10^2 – $10^3 \Omega/\square$ und vorzugsweise 10^2 – $10^3 \Omega/\square$, einer Durchlässigkeit für sichtbares Licht von mindestens 80% und vorzugsweise mindestens 85% sowie eine Trübung von nicht mehr als 6% und vorzugsweise nicht mehr als 3%. Weiterhin hat ein aus der durch aktinische Strahlung härtbaren Zusammensetzung gebildeter, leitfähiger Film zusätzlich zu den obengenannten Eigenschaften eine hohe Härte und verbesserte Kratzbeständigkeit.

Das bei der vorliegenden Erfindung verwendete ITO (zinnhaltiges Indiumoxid)-Pulver kann ein im Handel erhältliches Produkt sein. Alternativ hierzu kann es durch ein bekanntes Verfahren hergestellt werden, wie etwa durch Neutralisieren einer kleinen Menge Zinnchlorid und einer großen Menge Indiumchlorid enthaltenden sauren Lösung mit einem Alkali, um eine Copräzipitation aus Zinn- und Indiumhydroxiden zu bilden, sowie nachfolgender Calcinierung der Copräzipitate. Der Sn-Gehalt des ITO-Pulvers beträgt im Hinblick auf die elektrische Leitfähigkeit vorzugsweise 1 – 15 At-% (Atomprozent) und weiter vorzugsweise 2 – 10 At-%, bezogen auf die Summe der (Sn + In)-Atome.

Es ist ebenso bevorzugt, daß das ITO-Pulver ein ultrafeines Pulver mit einem durchschnittlichen (primären) Teilchendurchmesser von 0,2 µm oder weniger und weiter vorzugsweise 0,1 µm oder weniger ist, um sicherzustellen, daß der resultierende Film eine gute Transparenz besitzt. Aufgrund der Lord-Rayleigh-Streuung geht die Filmtransparenz verloren, wenn das ITO-Pulver einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von mehr als 0,2 µm aufweist. Bei solchen Anwendungen, bei denen jedoch die Filmtransparenz keine Bedeutung hat, kann ein ITO-Pulver mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von mehr als 0,2 µm verwendet werden.

Das ITO-Pulver wird in einer Bindemittellösung dispergiert, um so eine Zusammensetzung zur Bildung eines leitfähigen Films durch das Beschichtungsverfahren zu bilden.

Bei einer ersten Ausführungsform der Erfindung wird ein Polymer, welches entweder eine saure funktionelle Gruppe oder eine Polyalkylenglykolkette oder beides enthält, als Bindemittel verwendet und in einem gemischten organischen Lösungsmittel, welches aus mindestens einem polaren Lösungsmittel und mindestens einem nichtpolaren Lösungsmittel besteht, zur Bildung einer Bindemittellösung gelöst, in welcher das ITO-Pulver dispergiert wird.

Geeignete polare Lösungsmittel umfassen organische Lösungsmittel mit mindestens einer Hydroxyl- und/oder mindestens einer Ketongruppe das heißt Alkohol- oder Ketonlösungenmittel, wie etwa Methanol, Ethanol, Butanol, Diacetonalkohol, Diethylenglykol, Butylcarbitol, Isophorone und Cyclohexanon.

Geeignete nichtpolare Lösungsmittel umfassen aromatische Kohlenwasserstoffe, wie etwa Toluol und Xylool, alicyclische Kohlenwasserstoffe, wie etwa Cyclohexan, und aliphatische Kohlenwasserstoffe, wie etwa Hexan und Octan.

Das Gewichtsverhältnis des polaren zu dem nichtpolaren Lösungsmittel innerhalb des gemischten organischen Lösungsmittels liegt vorzugsweise im Bereich von 0,5 : 9,5 bis 7 : 3 und weiter vorzugsweise von 2 : 8 bis 6 : 4.

Das polare organische Lösungsmittel besitzt eine hohe Affinität gegenüber dem ITO-Pulver und wirkt dahingehend, vorzugsweise auf der Oberfläche des ITO-Pulvers zu solvatisieren, um dadurch mit der Adsorption des Bindemittelpolymeren durch die Pulveroberfläche zu interferieren. Das nichtpolare organische Lösungsmittel besitzt eine geringe Affinität gegenüber dem ITO-Pulver und dient dazu, die oben beschriebene Wirkung des polaren Lösungsmittels abzuschwächen. Die Anwendung eines gemischten Lösungsmittels aus einem polaren Lösungsmittel und einem nichtpolaren Lösungsmittel ermöglicht es daher, die Menge des durch das ITO-Pulver adsorbierten Bindemittelpolymeren zu regulieren.

Das als Bindemittel bei der ersten Ausführungsform der Erfindung verwendete Polymer besitzt ein gewichtsmittleres Molekulargewicht von 8.000 bis 150.000 und enthält eine saure funktionelle Gruppe und/oder eine Polyalkylenglykolkette im Molekül. Die Polymerart ist nicht kritisch, jedoch ist es bevorzugt, diese aus Acryl-, Alkyd-, Polyamid-, Polyester- und Polycarbonatpolymeren auszuwählen. Weiter vorzugsweise ist das Bindemittel ein Acryl- oder Polyesterpolymer.

Die saure funktionelle Gruppe wird vorzugsweise aus Carbonsäure-, Phosphorsäure- und Sulfonsäuregruppen gewählt. Der Anteil der sauren funktionellen Gruppe, wenn diese in dem Polymer vorliegt, ist so festgelegt, daß das Polymer eine Säurezahl von 0,5 bis 15 mg KOH/g und weiter vorzugsweise 1,0 bis 10 mg KOH/g besitzt.

Die Polyalkylenglykol (oder Polyoxyalkylen)-Kette ist vorzugsweise aus Polyethylenglykol, Polypropylenglykol, Polyethylenglykolalkyether, Polyethylenglykolphenylether, Polyethylenglykolalkylphenylether, Polypropylenglykolalkylether, Polypropylenglykolphenylether, Polypropylenglykolalkylphenylether, Polyethylenglykolalkylamin, Polyethylenglykolalkylamid und Polyethylenglykolglycidylether abgeleitet. Der Anteil der Polyalkylenglykolkette, wenn diese in dem Polymer vorliegt, liegt im Bereich von 0,5 bis 40 Gew.-% und vorzugsweise von 2,0 bis 30 Gew.-%.

Das als Bindemittel bei der ersten Ausführungsform der Erfindung verwendete Polymer kann durch ein sich bekanntes Polymerisationsverfahren unter Verwendung eines eine saure funktionelle Gruppe enthaltenden Monomeren und/oder eines eine Polyalkylenglykolkette enthaltenden Monomeren hergestellt werden. Im Falle eines Acrylpolymeren umfassen beispielsweise geeignete Monomere, welche eine saure funktionelle Gruppe enthalten, ungesättigte Carbonsäuren, wie etwa Acrylsäure, Methacrylsäure, Crotonsäure, 2-Methacryloyloxyethylbernsteinsäure und 2-Methacryloyloxyethylphthalsäure; (Meth)acryloylgruppen enthaltende Phosphatester,

wie etwa Mono-(2-meth)acryloyloxyethyl)säurephosphat und Diphenyl-2-(meth)acryloyloxyethylphosphat und 2-Sulfoester-(meth)acrylat. Der Ausdruck "(Meth)acryl" soll sowohl Acryl als auch Methacryl umfassen. (Meth)acryloyl umfaßt daher Acryloyl und Methacryloyl und (Meth)acrylat beinhaltet Acrylat und Methacrylat.

Sowohl das eine saure funktionelle Gruppe enthaltende als auch eine Polyalkylenglykolkette enthaltende Bindemittelpolymer zeigt einen geringen Grad elektrischer Leitfähigkeit aufgrund protonischer oder ionischer Leitung, was zur Verringerung des Filmwiderstandes beiträgt. Weiterhin besitzen beide im Molekül eine hydrophile Gruppe, welche durch ein ITO-Pulver adsorbiert werden kann, wodurch eine Deagglomeration des ITO-Pulvers in der Bindemittellösung nahezu bis zu den einzelnen Primärteilchen erleichtert und die Transparenz des resultierenden Films erhöht wird.

Weiterhin wird, wie oben beschrieben, die Menge des durch das ITO-Pulver adsorbierten Bindemittelpolymeren durch Verwendung des aus einem polaren und einem nichtpolaren Lösungsmittel bestehenden, gemischten Lösungsmittels reguliert. Es bildet sich eine schwache Vernetzung zwischen denjenigen Bereichen der Oberfläche des ITO-Pulvers, welche nicht durch das adsorbierte Bindemittelpolymer bedeckt sind, was eine Sedimentation des ITO-Pulvers verhindert, wodurch die Lagerungsstabilität der erfundungsgemäßen, filmbildenden Zusammensetzung erhöht wird. Da die schwache Vernetzung leicht aufgebrochen werden kann, bewirkt ein Bewegen der Zusammensetzung vor der Anwendung eine Redispersion des ITO-Pulvers in der Bindemittellösung. Obwohl die Konsistenz der Zusammensetzung eher hoch ist, wobei die Zusammensetzung als Newton'sche Flüssigkeit agiert. Daher ist die Zusammensetzung zur Bildung leitfähiger Filme leicht zu beschichten oder zu drucken.

Wenn der Anteil eines polaren Lösungsmittels in dem gemischten Lösungsmittel zu hoch ist, besitzt die Lösung eine übermäßige Affinität gegenüber dem ITO-Pulver, was in unerwünschter Weise die Menge des durch das Pulver adsorbierten Bindemittelpolymeren verringert. Als Ergebnis davon kann das ITO-Pulver nicht in ausreichender Weise dispergiert werden, wodurch in nachteiliger Weise die Lagerungsstabilität der Zusammensetzung und die Lichtdurchlässigkeit des resultierenden leitfähigen Films beeinträchtigt werden. Wenn andererseits der Anteil eines nichtpolaren Lösungsmittels zu hoch ist, ist die Menge des durch das ITO-Pulver adsorbierten Bindemittelpolymeren erhöht und die Dispergierbarkeit des Pulvers verbessert. Die erhöhte Menge des adsorbierten Bindemittelpolymeren beeinträchtigt jedoch in nachteiliger Weise die Leitfähigkeit (geringer Widerstand) des resultierenden Films.

Wenn das Bindemittelpolymer ein gewichtsmittleres Molekulargewicht von mehr als 150.000 besitzt oder seine Säurezahl größer als 15 mg KOH/g ist, ist die Menge an adsorbiertem Polymer überschüssig. Ein Polymer mit einem gewichtsmittleren Molekulargewicht von weniger als 8.000 wirkt als Dispergiermittel und wird innig durch das ITO-Pulver adsorbiert, was in übermäßiger Weise die Menge an adsorbiertem Polymer erhöht. Als Ergebnis ist das ITO-Pulver gut dispergiert und der resultierende Film besitzt eine hohe Lichtdurchlässigkeit, jedoch ist seine elektrische Leitfähigkeit herabgesetzt.

Wenn die Säurezahl des Bindemittelpolymeren geringer als 0,5 mg KOH/g ist, wird das Polymer nicht in ausreichender Weise durch das ITO-Pulver adsorbiert, wodurch in nachteiliger Weise die Dispergierbarkeit des Pulvers beeinträchtigt wird. Die Dispergierbarkeit des ITO-Pulvers wird ebenfalls herabgesetzt, wenn der Gehalt der Polyalkylenglykolkette in dem Polymer mehr als 40 oder weniger als 0,5 Gew.-% beträgt. Als Ergebnis weist die Zusammensetzung eine herabgesetzte Lagerungsstabilität auf und der resultierende Film besitzt eine verminderte Lichtdurchlässigkeit sowie eine erhöhte Trübung.

Die Zusammensetzung zur Bildung leitfähiger Filme gemäß der ersten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung kann hergestellt werden durch Dispergieren eines ITO-Pulvers in einer Bindemittellösung, die eine Lösung des oben beschriebenen Polymeren in dem obengenannten gemischten organischen Lösungsmittel ist, durch eine herkömmliche Mischleinrichtung, wie etwa einen Farbrüttler, eine Kugelmühle, Sandmühle oder Dreifachwalzenmühle. Die Zusammensetzung kann als Farbe oder Tusche durch Beschichten oder Drucken auf ein geeignetes Substrat aufgebracht und dann, falls erforderlich, erhitzt werden, um den nassen Film zu trocknen und/oder zu härteten, wodurch die Bildung eines transparenten leitfähigen Films resultiert.

Die Zusammensetzung kann weiterhin ein oder mehrere wahlweise Additive enthalten, wie etwa einen Härtungskatalysator, ein Härtungsmittel, Benetzungsmittel, Dispergiermittel, Antioxidans oder Nivelliermittel, zusätzlich zu dem gemischten organischen Lösungsmittel, Polymer und ITO-Pulver. Der Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen der Bindemittellösung wird so gewählt, daß die resultierende ITO-dispergierte Zusammensetzung eine für die Auftragung durch Beschichtung oder Drucken geeignete Konsistenz besitzt.

Das Gewichtsverhältnis des ITO-Pulvers zu dem Bindemittelpolymer liegt vorzugsweise im Bereich von 60 : 40 bis 90 : 10 und weiter vorzugsweise von 65 : 35 bis 86 : 14. Wenn der Anteil des ITO-Pulvers zu gering ist, kann der resultierende Film nicht den erwünschten Grad an Leitfähigkeit zeigen. Wenn er zu hoch ist, besteht die Gefahr, daß die Filmeigenschaften, wie Transparenz und Haftung gegenüber dem Substrat, verschlechtert sind.

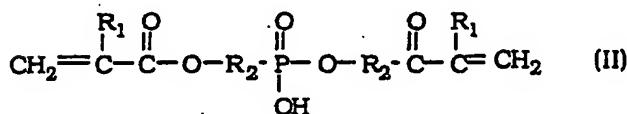
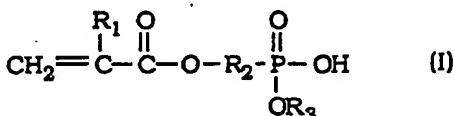
Die Zusammensetzung gemäß der ersten Ausführungsform ermöglicht allgemein die Bildung eines transparenten leitfähigen Films mit einem Oberflächenwiderstand in der Größenordnung von 10^2 – $10^4 \Omega/\square$ und einer Lichtdurchlässigkeit im Bereich von 80 bis 90%. Insbesondere wenn das Polymer eine saure funktionelle Gruppe enthält, jedoch frei an einer Polyalkylenglykolkette ist, besitzt der resultierende Film im allgemeinen einen Oberflächenwiderstand in der Größenordnung von 10^3 oder $10^4 \Omega/\square$ und eine Lichtdurchlässigkeit von mindestens 85%. Wenn das Polymer eine Polyalkylenglykolkette enthält, jedoch frei an einer sauren funktionellen Gruppe ist, besitzt der resultierende Film im allgemeinen einen Oberflächenwiderstand in der Größenordnung von $10^2 \Omega/\square$ und eine Lichtdurchlässigkeit von mindestens 80%. Der letztere Film ist somit dem ersten Film hinsichtlich des Widerstands überlegen, jedoch diesem hinsichtlich der Lichtdurchlässigkeit unterlegen. Wenn das Polymer eine Säurezahl im Bereich von 0,5 – 15 mg KOH/g und einen Gehalt an Polyalkylenglykolkette im Bereich von 0,5 – 40% aufweist, ist der resultierende Film sowohl hinsichtlich des Widerstands als auch der Transparenz verbessert, das heißt erbesitzt einen Oberflächenwiderstand in der Größenordnung von $10^2 \Omega/\square$ und eine Lichtdurchlässigkeit von mindestens 85%. Daher können der Widerstand und die Transparenz eines

Films gemäß der Säurezahl und dem Gehalt der Polyalkylenglykolkette des Polymeren eingestellt werden.

Bei einer zweiten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird ein durch aktinische Strahlung härtbares Bindemittel, welches eine eine Säurephosphatgruppe enthaltende Acrylat- oder Methacrylatverbindung umfaßt, zur Bildung einer Bindemittellösung verwendet, in welcher ein ITO-Pulver dispergiert wird, um eine durch aktinische Strahlung härtbare Zusammensetzung zur Bildung leitfähiger Filme zu erzeugen. Wie oben beschrieben, umfaßt der Ausdruck "(Meth)acrylat" sowohl "Acrylat" als auch "Methacrylat".

Das durch aktinische Strahlung härtbare Bindemittel umfaßt die eine Säurephosphatgruppe enthaltende (Meth)acrylatverbindung und wahlweise ein oder mehrere weitere radikalisch polymerisierbare Monomere und/oder Oligomere.

Beispiele der Säurephosphatgruppen enthaltenden (Meth)acrylatverbindungen sind diejenigen Verbindungen der folgenden allgemeinen Formel (I) oder (II):



worin R₁ Wasserstoff oder Methyl, R₂ eine Alkylenoxy- oder Polyalkylenoxygruppe und R₃ Wasserstoff, Phenyl, eine Alkyl- oder Alkylphenylgruppe bedeuten.

Spezielle Beispiele einer Verbindung der Formel (I) umfassen Mono-(2-(meth)acryloyloxyethyl)säurephosphat, Mono-(ω -(meth)-acryloylpolyoxyethyl)säurephosphat, Mono-(2-(meth)acryloyloxyethyl)methylsäurephosphat und Mono-(2-(meth)acryloyloxyethyl)phenylsäurephosphat.

Spezielle Beispiele einer Verbindung der Formel (II) umfassen Di(2-(meth)acryloyloxyethyl)säurephosphat und Di(ω -(meth)-acryloylpolyoxyethyl)säurephosphat.

Radikalisch polymerisierbare Monomere, welche wahlweise in dem Bindemittel zusammen mit der Säurephosphatgruppen enthaltenden (Meth)acrylatverbindung enthalten sein können, sind Verbindungen mit einer oder mehreren α,β -ethylenisch ungesättigten Gruppen. Solche Monomere können eine von der Säurephosphatgruppe verschiedene, saure funktionelle Gruppe im Molekül enthalten, beispielsweise eine Carboxyl- oder Sulfonylgruppe, eine basische funktionelle Gruppe, wie eine Aminogruppe und/oder eine neutrale funktionelle Gruppe, wie eine Hydroxylgruppe.

Beispiele geeigneter radikalisch polymerisierbarer Monomere umfassen von (Meth)acrylatestern verschiedenes Vinylmonomere, wie etwa Styrol, Vinyltoluol, Vinylacetat, N-Vinylpyrrolidon, (Meth)acrylnitril, Allylalkohol, (Meth)acrylsäure, und Itaconsäure; monofunktionelle (Meth)acrylate, wie etwa Methyl(meth)acrylat, Ethyl(meth)acrylat, Isopropyl(meth)acrylat, 2-Ethylhexyl(meth)acrylat, Butyl(meth)acrylat, Cyclohexyl(meth)acrylat, Tetrahydrofurfuryl(meth)acrylat, 2-Hydroxyethyl(meth)acrylat, 2-Hydroxypropyl(meth)acrylat, Polyethylenglykolmono(meth)acrylat, Methoxypolyethylenglykolmono(meth)acrylat, Polypropylenglykolmono(meth)acrylat, Polyethylenglykol-polypropylenglykolmono(meth)acrylat, Polyethylenglykol-polytetramethylenglykolmono(meth)acrylat und Glycidyl(meth)acrylat; difunktionelle (Meth)acrylate, wie etwa Ethylenglykoldi(meth)acrylat, Diethylenglykoldi(meth)acrylat, Triethylenglykoldi(meth)acrylat, Tetraethylenglykoldi(meth)acrylat, Polyethylenglykoldi(meth)acrylat, Neopentylglykoldi(meth)acrylat, Allyl(meth)acrylat, Bisphenol-A-di(meth)acrylat, Ethylenoxid-modifiziertes Bisphenol-A-di(meth)acrylat, Polyethylenglykoldi(meth)acrylat, Bisphenol-S-di(meth)acrylat, 1,4-Butandioldi(meth)acrylat, und 1,3-Butylenglykoldi(meth)acrylat; und tri- und höherfunktionelle (Meth)acrylate, wie etwa Trimethylolpropantri(meth)acrylat, Glycerintri(meth)acrylat, Pentaerythrit-tri(meth)acrylat, Pentaerythrit-tetra(meth)acrylat, Ethylen-modifiziertes Trimethylolpropantri(meth)acrylat, und Dipentaerythrit-hexa(meth)acrylat.

Beispiele geeigneter radikalisch polymerisierbarer Oligomere sind Prepolymere mit mindestens einer (Meth)acryloylgruppe, wie etwa Polyester(meth)acrylate, Polyurethan(meth)acrylate, Epoxy(meth)acrylate, Polyether(meth)acrylate, Oligo(meth)acrylate Alkyd(meth)acrylate, Polyol(meth)acrylate und Silikon(meth)acrylate. Besonders bevorzugte radikalisch polymerisierbare Oligomere sind Polyester(meth)acrylate, Epoxy(meth)acrylate und Polyurethan(meth)acrylate.

Um einen gehärteten Film mit verbesserten Transparenz und elektrischer Leitfähigkeit zu bilden, ist es bevorzugt, daß die Säurephosphatgruppe enthaltende (Meth)acrylatverbindung in einem Anteil von mindestens 2 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Bindemittels, vorliegt. Obwohl das Bindemittel alleine aus der Säurephosphatgruppen enthaltenden Verbindung bestehen kann, ist es erwünscht, daß die Verbindung nicht mehr als 50 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Bindemittels, ausmacht, im Hinblick auf einige Eigenschaften des gehärteten Films, wie etwa die Wasserbeständigkeit. Der Rest des Bindemittels umfaßt ein oder mehrere radikalisch polymerisierbare Monomere und/oder Oligomere, wie oben beispielhaft angegeben.

Vorzugsweise besitzt das Bindemittel insgesamt eine Säurezahl im Bereich von 1 bis 300 mg KOH/g und weiter vorzugsweise von 5 bis 200 mg KOH/g. Wenn das Bindemittel ein Monomer oder Oligomer umfaßt,

welches eine von der Säurephosphatgruppe verschiedene, saure funktionelle Gruppe enthält, beispielsweise (Meth)acrylsäure, trägt ein solches Monomer oder Oligomer ebenso zur Säurezahl bei. Wenn die Säurezahl des Bindemittels geringer als 1 mg KOH/g ist, kann das ITO-Pulver nicht gut dispergiert werden, wodurch eine Verminderung der Lichtdurchlässigkeit des Films resultiert. Wenn sie über 300 mg KOH/g beträgt können einige Eigenschaften des gehärteten Films, wie etwa die Wasserbeständigkeit, verschlechtert werden.

Ebenso liegt bei der durch aktinische Strahlung härtbaren Zusammensetzung gemäß der zweiten Ausführungsform der Erfindung das Gewichtsverhältnis des ITO-Pulvers zu dem Bindemittel vorzugsweise im Bereich von 60 : 40 bis 90 : 10 und weiter vorzugsweise von 65 : 35 bis 86 : 14.

Es ist erwünscht, daß die durch aktinische Strahlung härtbare Zusammensetzung eine kleine Menge eines Photoinitiators enthält, welcher es ermöglicht, die Zusammensetzung durch Bestrahlung mit verringriger Dosis an aktinischer Strahlung zu härten. Beispiele geeigneter Photoinitiatoren umfassen 1 Hydroxycyclohexylphenylketon, Benzophenon, Benzylidimethylketal, Benzoinmethylether, Benzoinehtylether, p-Chlorbenzophenon, 4-Benzoyl-4-methyldiphenylsulfid, 2-Benzyl-2-dimethylamino-1-(4-morpholinophenyl)butanon-1 und 2-Methyl-1-[4-(methylthio)phenyl]-2-morpholinopropanon-1. Es können ein oder mehrere Photoinitiatoren der Zusammensetzung in einem Gesamtanteil von 0,1 bis 20 Teilen und vorzugsweise 1,0 bis 15 Gewichtsteilen, je 100 Teile des Bindemittels, zugegeben werden.

Es ist ebenso möglich, die Zusammensetzung durch Erwärmen zu härten. In solchen Fällen kann ein geeigneter Radikal-Polymerisationsinitiator, beispielsweise Azobisisobutyronitril, anstelle eines Photoinitiators eingesetzt werden.

Die Zusammensetzung gemäß der zweiten Ausführungsform der Erfindung kann durch Dispergieren eines ITO-Pulvers in einer Bindemittellösung, bei der es sich um das vorgenannte Bindemittel handelt, welches, falls notwendig, mit einem organischen Lösungsmittel verdünnt ist, mittels einer herkömmlichen Mischeinrichtung, wie oben beschrieben, hergestellt werden.

Es ist bevorzugt, daß das organische Lösungsmittel, falls verwendet, eine gute Verträglichkeit mit dem Bindemittel besitzt. Geeignete organische Lösungsmittel umfassen Ketone, wie etwa Methylethylketon, Methylisobutylketon, Isophoron und Acetylaceton, Alkohole, wie etwa Ethanol, 1-Butanol und 2-Propanol, Cellosolven, Acetester, Ether und aromatische Kohlenwasserstoffe, wie etwa Toluol und Xylol. Es können ein oder mehrere Lösungsmittel verwendet werden. Das organische Lösungsmittel wird in einer solchen Menge verwendet, daß die Zusammensetzung, welche ein in der Bindemittellösung dispergiertes ITO-Pulver enthält, eine für das Beschichten oder Drucken geeignete Konsistenz aufweist. Die Viskosität der Zusammensetzung liegt vorzugsweise im Bereich von 0,2–5 Pa·s (2–5.000 cps), wie durch ein E-Typ-Viskometer gemessen.

Die Zusammensetzung gemäß der zweiten Ausführungsform kann weiterhin ein oder mehrere Additive enthalten, wie etwa einen Polymerisationsinhibitor, Härtungskatalysator, ein Antioxidans, Nivelliermittel sowie ein thermoplastisches Harz zur Verdünnung.

Die Zusammensetzung wird durch Beschichten oder Drucken auf ein geeignetes Substrat aufgetragen, mit darauf folgender Erwärmung, falls erforderlich, um das Lösungsmittel zu verdampfen. Nachfolgend wird das Substrat mit aktinischer Strahlung (UV-Licht oder Elektronenstrahl) bestrahlt, um den Film zu härten und einen transparenten leitfähigen Film auf dem Substrat zu bilden. Die Quelle der aktinischen Strahlung kann aus einer Niedrigdruck-Quecksilberlampe, Hochdruck-Quecksilberlampe, Metallhalogenidlampe, Xenonlampe, Excimer-Laser und Farblaser für UV-Licht sowie einem Elektronenstrahlbeschleuniger gewählt werden. Die Dosis liegt gewöhnlicherweise im Bereich von 50–3.000 mJ/cm² für UV-Licht und im Bereich von 0,2–1.000 µC/cm² für Elektronenstrahlen.

Die Zusammensetzung gemäß der zweiten Ausführungsform kann im allgemeinen einen transparenten leitfähigen Film mit einem Oberflächenwiderstand in der Größenordnung von 10³–10⁵ Ω/□ und einer Lichtdurchlässigkeit im Bereich von 85 bis 90% bilden.

Das Beschichten oder Bedrucken eines Substrats mit einer Zusammensetzung gemäß der ersten oder zweiten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung kann durch ein herkömmliches Verfahren durchgeführt werden, wie etwa Walzenbeschichtung, Spinnbeschichtung oder Siebdrucken. Das Substrat kann aus irgendeinem Isolationsmaterial hergestellt sein, einschließlich synthetischer Polymere, Gläser und Keramiken, und es besitzt eine geeignete Form, wie etwa eine Folie, ein Blatt oder eine Tafel. Beispiele von als Material für Substrate geeigneten, synthetischen Polymeren umfassen Polyethylen, Polypropylen, Polycarbonat, Acrylpolymer, Methacrylpolymer, Polyvinylchlorid, Polyester, Polyamid, Epoxid und Phenolharz. Die Filmdicke des resultierenden getrockneten oder gehärteten transparenten leitfähigen Films liegt üblicherweise im Bereich von 0,5 bis 5,0 µm.

Die aus der erfindungsgemäßen Zusammensetzung gebildeten, transparenten leitfähigen Filme sind brauchbar als staubverhindrende Schichten bei der Elektrophotographie, transparente Elektroden in Flüssigkristall-Anzeigegeräten, Antistatikschichten, IR-Reflexionsschichten, Oberflächenwärmegeneratoren, Griffplatten und Fenstermaterialien in Solarzellen.

Die nachfolgenden Beispiele erläutern die Erfindung. In den Beispielen beziehen sich alle Teile auf das Gewicht, sofern nichts anderes angegeben ist.

Bei sämtlichen Beispielen wurde ein ITO-Pulver verwendet, welches 5 At% Sn, bezogen auf die Summe der (In + Sn)-Atome enthielt und einen durchschnittlichen primären Teilchendurchmesser von 0,05 µm besaß.

Beispiel 1

In einem mit einem Rückflußkühler, Thermometer, Eintropftrichter und Rührer ausgestatteten Kolben wurden 60 Teile Xylol gegeben und auf 90°C erwärmt. Danach wurde eine Mischung aus 20 Teilen Styrol, 19,5 Teilen Methylacrylat, 0,5 Teilen Acrylsäure und 2 Teilen Azobisisobutyronitril dem Kolben während 4 Stunden zugesetzt und dann 10 Stunden unter Röhren und Weiterführung der Erwärmung umsetzen gelassen. Das Reaktions-

produkt war eine Polymerlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 41 Gew.-%, wobei das Polymer ein gewichtsmittleres Molekulargewicht von 10.000 und eine Säurezahl von 9,7 mg KOH/g besaß.

5
50,0 Teile der Polymerlösung, 80,0 Teile eines ITO-Pulvers, 120,0 Teile eines gemischten Butanol-Xylol-Lösungsmittels (Butanol /Xylol-Gewichtsverhältnis = 4/6) und 250,0 Teile Glaskügelchen wurden in einen Behälter gegeben und 5 Stunden auf einem Farbrüttler gemahlen, während der Dispersionsgrad mittels eines Mahlgradanzeigers überprüft wurde. Nach dem Mahlen wurden die Glaskügelchen entfernt, wobei eine viskose Flüssigkeit erhalten wurde, bei der es sich um eine Dispersion des ITO-Pulvers handelte, welches gleichmäßig in einer polymeren Bindemittellösung verteilt war.

10
Eine PET(Polyethylenterephthalat)-Folie wurde mit der oben erhaltenen, viskosen Flüssigkeit unter Verwendung einer Auftragsvorrichtung beschichtet und getrocknet sowie während einer Stunde bei 100°C getrocknet und gehärtet, wodurch ein 2 µm dicker transparenter Film auf der PET-Folie gebildet wurde.

Beispiel 2

Durch Befolging der in Beispiel 1 beschriebenen Arbeitsweise wurde ein Polymerlösung mit einem Gehalt an flüchtigen Bestandteilen von 40 Gew.-% aus 60 Teilen Xylol, 20 Teilen Styrol, 19,95 Teilen Methylacrylat, 0,05 Teilen Acrylsäure und 0,6 Teilen Azobisisobutyronitril hergestellt, und aus der Polymerlösung ein ITO-haltiger, transparenter Film gebildet.

Beispiel 3

Unter Befolging der in Beispiel 1 beschriebenen Arbeitsweise wurde eine Polymerlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 41 Gew.-% aus 60 Teilen Xylol, 20 Teilen Styrol, 19,2 Teilen Methylacrylat, 0,8 Teilen Mono(2-methacryloyloxyethyl)säurephosphat und 1,0 Teil Azobisisobutyronitril hergestellt und aus der Polymerlösung ein ITO-haltiger transparenter Film gebildet.

Beispiel 4

Unter Befolging der in Beispiel 1 beschriebenen Arbeitsweise wurden 30,0 Teile einer Polyesterharzlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 60 Gew.-%, 80,0 Teile eines ITO-Pulvers und 140,0 Teile eines gemischten Butanol-Xylol-Lösungsmittels (Butanol/Xylol-Gewichtsverhältnis = 4/6) gemahlen und die resultierende Dispersion in Form einer viskosen Flüssigkeit auf eine PET-Folie aufgetragen, um einen 2 µm dicken, transparenten Film zu bilden.

30
35
Die bei diesem Beispiel verwendete Polyesterharzlösung wurde durch Auflösen eines Polyesterharzes mit einem gewichtsmittleren Molekulargewicht von 65.000 und einer Säurezahl von 7 mg KOH/g in einem gemischten Butanol-Xylol-Lösungsmittel (Butanol/Xylol-Gewichtsverhältnis = 2/8) hergestellt.

Vergleichsbeispiel 1

Unter Befolging der in Beispiel 1 beschriebenen Arbeitsweise wurde eine Polymerlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 42 Gew.-% aus 60 Teilen Xylol, 20 Teilen Styrol, 19,5 Teilen Methylacrylat, 0,5 Teilen Acrylsäure und 3 Teilen Azobisisobutyronitril hergestellt und aus der Polymerlösung ein ITO-haltiger, transparenter Film gebildet.

Vergleichsbeispiel 2

40
Unter Befolging der in Beispiel 1 angegebenen Arbeitsweise wurde eine Polymerlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 40 Gew.-% aus 60 Teilen Xylol, 20 Teilen Styrol, 17,00 Teilen Methylacrylat, 1,00 Teilen Acrylsäure und 2,00 Teilen Azobisisobutyronitril hergestellt und aus der Polymerlösung ein ITO-haltiger, transparenter Film gebildet.

Vergleichsbeispiel 3

50
Unter Befolging der in Beispiel 1 angegebenen Arbeitsweise wurde eine Polymerlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 50 Gew.-% aus 60 Teilen Xylol, 20 Teilen Styrol, 19,2 Teilen Methylacrylat, 0,8 Teilen Mono(2-methacryloyloxyethyl)säurephosphat und 0,3 Teilen Azobisisobutyronitril hergestellt und aus der Polymerlösung ein ITO-haltiger, transparenter Film gebildet.

Vergleichsbeispiel 4

60
Unter Befolging der in Beispiel 4 angegebenen Arbeitsweise, mit Ausnahme, daß die Polyesterharzlösung einen Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 40 Gew.-% besaß und daß das Polyesterharz ein gewichtsmittleres Molekulargewicht von 49.000 und eine Säurezahl von 0,3 mg KOH/g aufwies, wurde eine ITO-Pulver enthaltende, viskose Flüssigkeit hergestellt und auf eine PET-Folie aufgebracht, um einen 2 µm dicken transparenten Film zu bilden.

Beispiel 5

- Unter Befolgung der in Beispiel 1 angegebenen Arbeitsweise wurde eine Polymerlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 41 Gew.-% aus 60 Teilen Xylol, 20 Teilen Styrol, 19,0 Teilen Methylacrylat, 1,0 Teile Methoxypolyethylenglykolmethacrylat (MW = 496) und 2,0 Teilen Azobisisobutyronitril hergestellt und zur Bildung eines ITO-Pulver enthaltenden, 2 µm dicken transparenten Films auf einer PET-Folie verwendet. Das bei diesem Beispiel gebildete Polymer enthielt 2,0 Gew.-% einer Polyalkylenglykolkette und besaß ein gewichtsmittleres Molekulargewicht von 10.000.

10

Beispiel 6

- Unter Befolgung der in Beispiel 1 angegebenen Arbeitsweise wurde eine Polymerlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 40 Gew.-% aus 60 Teilen Xylol, 20 Teilen Styrol, 19,0 Teilen Methylacrylat, 1,0 Teile Methoxypolyethylenglykolmethacrylat und 0,6 Teilen Abzobisisobutyronitril hergestellt und zur Bildung eines ITO-haltigen, transparenten Films verwendet.

15

Beispiel 7

- Unter Befolgung der in Beispiel 1 angegebenen Arbeitsweise wurde eine Polymerlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 40 Gew.-% aus 60 Teilen Xylol, 20 Teilen Styrol, 5,0 Teilen Methylacrylat, 15 Teilen Methoxypolyethylenglykolmethacrylat und 0,6 Teilen Azobisisobutyronitril hergestellt und zur Bildung eines ITO-haltigen, transparenten Films verwendet.

20

Vergleichsbeispiel 5

- Unter Befolgung der in Beispiel 1 angegebenen Arbeitsweise wurde eine Polymerlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 42 Gew.-% aus 60 Teilen Xylol, 20 Teilen Styrol, 19,0 Teilen Methylacrylat, 1,0 Teile Methoxypolyethylenglykolmethacrylat und 3 Teilen Azobisisobutyronitril hergestellt und zur Bildung eines ITO-haltigen, transparenten Films verwendet.

25

Vergleichsbeispiel 6

- Unter Befolgung der in Beispiel 1 angegebenen Arbeitsweise wurde eine Polymerlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 40 Gew.-% aus 60 Teilen Xylol, 20 Teilen Styrol, 19,0 Teilen Methylacrylat, 1,0 Teile Methoxypolyethylenglykolmethacrylat und 0,3 Teilen Azobisisobutyronitril hergestellt und zur Bildung eines ITO-haltigen, transparenten Films verwendet.

30

Vergleichsbeispiel 7

- Unter Befolgung der in Beispiel 1 angegebenen Arbeitsweise wurde eine Polymerlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 42 Gew.-% aus 60 Teilen Xylol, 20 Teilen Styrol, 20 Teilen Methylacrylat und 0,6 Teilen Azobisisobutyronitril hergestellt und zur Bildung eines ITO-haltigen, transparenten Films verwendet.

35

Vergleichsbeispiel 8

- Unter Befolgung der in Beispiel 1 angegebenen Arbeitsweise wurde eine Polymerlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 40 Gew.-% aus 60 Teilen Xylol, 10 Teilen Styrol, 10 Teilen Methylacrylat, 20 Teilen Polyethylenglykolmonomethacrylat und 0,6 Teilen Azobisisobutyronitril hergestellt und zur Bildung eines ITO-haltigen transparenten Films verwendet.

40

Vergleichsbeispiel 9

- Unter Befolgung der in Beispiel 5 angegebenen Arbeitsweise, mit der Ausnahme, daß das bei der Mahlstufe verwendete, gemischte Lösungsmittel durch Xylol alleine ersetzt wurde, wurde eine Polymerlösung hergestellt und zur Bildung eines ITO-haltigen transparenten Films verwendet.

45

Vergleichsbeispiel 10

- Unter Befolgung der in Beispiel 5 angegebenen Arbeitsweise, mit der Ausnahme, daß das bei der Mahlstufe verwendete, gemischte Lösungsmittel durch Butanol alleine ersetzt wurde, wurde eine Polymerlösung hergestellt und zur Bildung eines ITO-haltigen transparenten Films verwendet.

50

Beispiel 8

- Unter Befolgung der in Beispiel 1 angegebenen Arbeitsweise wurde eine Polymerlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 44 Gew.-% aus 60 Teilen Xylol, 14,5 Teilen Styrol, 10,0 Teilen Methylacrylat, 0,5 Teilen Acrylsäure, 15 Teilen Methoxypolyethylenglykolmethacrylat und 2,0 Teilen Azobisisobutyronitril hergestellt und zur Bildung eines ITO-haltigen, transparenten Films einer Dicke von 2 µm auf einer PET-Folie

DE 44 35 376 A1

verwendet. Das bei diesem Beispiel gebildete Polymer enthielt 30 Gew.-% einer Polyalkylenglykolkette und besaß ein gewichtsmittleres Molekulargewicht von 10.000 sowie eine Säurezahl von 9,7 mg KOH/g.

Beispiel 9

Unter Befolgung der in Beispiel 1 angegebenen Arbeitsweise wurde eine Polymerlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 40 Gew.-% aus 60 Teilen Xylol, 14,95 Teilen Styrol, 10,0 Teilen Methylacrylat, 0,05 Teilen Acrylsäure, 15 Teilen Methoxypolyethylenglykolmethacrylat und 0,6 Teilen Azobisisobutyronitril hergestellt und zur Bildung eines ITO-haltigen transparenten Films verwendet.

Beispiel 10

Unter Befolgung der in Beispiel 1 beschriebenen Arbeitsweise wurde eine Polymerlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 40 Gew.-% aus 60 Teilen Xylol, 20 Teilen Styrol, 18,95 Teilen Methylacrylat, 0,05 Teilen Acrylsäure, 1,0 Teil Polyethylenglykolmethacrylat und 0,6 Teilen Azobisisobutyronitril hergestellt und zur Bildung eines ITO-haltigen transparenten Films verwendet.

Beispiel 11

Unter Befolgung der in Beispiel 1 angegebenen Arbeitsweise wurden 30 Teile einer Polyesterharzlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 60 Gew.-%, 80,0 Teile eines ITO-Pulvers und 140,0 Teile eines gemischten Butanol-Xylol-Lösungsmittels (Butanol/Xylol-Gewichtsverhältnis = 4/6) gemahlen und die resultierende Dispersion in Form einer viskosen Flüssigkeit auf eine PET-Folie zur Bildung eines 2 µm dicken, transparenten Films aufgebracht.

Die bei diesem Beispiel verwendete Polyesterharzlösung wurde hergestellt durch Auflösen eines Polyesterharzes mit einem gewichtsmittleren Molekulargewicht von 30.000 und einer Säurezahl von 5 mg KOH/g, welches 5 Gew.-% einer Polyethylenglykolkette enthielt, in einem gemischten Butanol-Xylol-Lösungsmittel (Butanol/Xylol-Gewichtsverhältnis = 2/8).

Vergleichsbeispiel 11

Unter Befolgung der in Beispiel 1 angegebenen Arbeitsweise wurde eine Polymerlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 42 Gew.-% aus 60 Teilen Xylol, 14,5 Teilen Styrol, 10,0 Teilen Methylacrylat, 0,5 Teilen Acrylsäure, 15 Teilen Methoxypolyethylenglykolmethacrylat und 3,0 Teilen Azobisisobutyronitril hergestellt und zur Bildung eines ITO-haltigen transparenten Films verwendet.

Vergleichsbeispiel 12

Unter Befolgung der in Beispiel 1 angegebenen Arbeitsweise wurde eine Polymerlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 41 Gew.-% aus 60 Teilen Xylol, 14,5 Teilen Styrol, 10 Teilen Methylacrylat, 0,5 Teilen Acrylsäure, 15 Teilen Methoxypolyethylenglykolmethacrylat und 0,3 Teilen Azobisisobutyronitril hergestellt und zur Bildung eines ITO-haltigen transparenten Films verwendet.

Vergleichsbeispiel 13

Unter Befolgung der in Beispiel 1 angegebenen Arbeitsweise wurde eine Polymerlösung mit einem Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen von 41 Gew.-% aus 60 Teilen Xylol, 9,00 Teilen Styrol, 10 Teilen Methylacrylat, 1,00 Teil Acrylsäure, 20 Teilen Methoxypolyethylenglykolmethacrylat und 2,0 Teilen Azobisisobutyronitril hergestellt und zur Bildung eines ITO-haltigen transparenten Films verwendet.

Die folgende Tabelle 1 zeigt das gewichtsmittlere Molekulargewicht (M_w), die Säurezahl und den Polyalkylenglykettengehalt des in jedem Beispiel hergestellten oder verwendeten Polymeren.

Der bei jedem Beispiel erhaltene, ITO-Pulver enthaltende, transparente Film wurde hinsichtlich der Gesamtlichtdurchlässigkeit im sichtbaren Wellenlängenbereich (gemessen durch ein von Nippon Bunko, Modell UBEST 55, hergestelltes Spektrophotometer), Trübung (gemessen durch Color Computer SM, hergestellt von Suga Shikenki) und Oberflächenwiderstand (gemessen unter Verwendung eines Oberflächenwiderstand-Testgeräts von Mitsubishi Yuka, Modell AP MCP-T400, geprüft). Die Prüfergebnisse sind ebenso in Tabelle 1 gezeigt.

Die in den Beispielen 1 bis 11 erhaltenen, ITO-Pulver enthaltenden, viskosen Flüssigkeiten wurden einen Monat bei Raumtemperatur stehengelassen und dann mit einem unter der Handelsbezeichnung "Disper" verkauften Mischer gerührt. Sämtliche der geprüften Flüssigkeiten ließen sich leicht in ihren ursprünglichen Dispersionszustand zurückführen, in welchem das ITO-Pulver gleichmäßig in der Polymerlösung verteilt war.

TABELLE 1

Beispiel Nr.	Bindemittelpolymer			Lösungs- mittel polar/ nichtpolar Gewichts- verhältnis	Filmegenschaften		
	gewichts- mittleres Molekulargewicht	Säurezahl (mg KOH/g)	PAG ¹⁾ -Kettengehalt (Gew.-%)		Oberflä- chenwi- derstand (Ω/\square)	Gesamt- licht- durchläs- sigkeit (%)	Trü- bung (%)
Beispiel 1	10.000	9,7	-	3,2/6,8	9×10^3	85	4
2	100.000	1,0	-	3,2/6,8	5×10^3	87	2
3	50.000	5,6	-	3,2/6,8	6×10^3	86	3
4	65.000	7,0	-	3,8/6,2	9×10^3	85	4
Vergleichs- beispiel 1	5.000*	9,7	-	3,2/6,8	5×10^7	87	2
2	10.000	20,0*	-	3,2/6,8	7×10^7	79	8
3	200.000*	5,6	-	3,2/6,8	5×10^7	78	10
4	49.000	0,3*	-	3,8/6,2	9×10^7	55	29
Beispiel 5	10.000	-	2,0	3,2/6,8	8×10^2	81	6
6	100.000	-	2,0	3,2/6,8	5×10^2	83	4
7	100.000	-	30	3,2/6,8	6×10^2	82	5
Vergleichs- beispiel 5	5.000*	-	2,0	3,2/6,8	2×10^7	83	4
6	200.000*	-	2,0	3,2/6,8	3×10^6	68	20
7	100.000	-	0*	3,2/6,8	5×10^7	20	70
8	100.000	-	50*	3,2/6,8	1×10^7	70	14
9	10.000	-	2,0	Xylool	8×10^7	83	4
10	10.000	-	2,0	Butanol	9×10^4	68	14
Beispiel 8	10.000	9,7	30	3,2/6,8	9×10^2	87	2
9	100.000	1,0	30	3,2/6,8	7×10^2	85	3
10	100.000	1,0	2,0	3,2/6,8	6×10^2	86	3
11	30.000	5	5	3,2/6,8	9×10^2	86	3
Vergleichs- beispiel 11	5.000*	9,7	30	3,2/6,8	2×10^7	88	2
12	200.000*	9,7	30	3,2/6,8	1×10^7	80	7
13	10.000	20,0*	50*	3,2/6,8	3×10^7	77	10

1) PAG = Polyalkylenglykol; * außerhalb des Bereichs der Erfindung

45

Wie aus der Tabelle 1 ersichtlich ist, konnte ein leitfähiger Film mit einem geringen Widerstand und hoher Transparenz, einem Oberflächenwiderstand in der Größenordnung von 10^2 – $10^4 \Omega/\square$, einer Lichtdurchlässigkeit von mindestens 80% und einer Trübung von nicht mehr als 6% aus einer Zusammensetzung gemäß der ersten Ausführungsform der Erfindung hergestellt werden, welche ein ITO-Pulver, dispergiert in einer Bindemittellösung, in welcher das Lösungsmittel ein gemischtes organisches Lösungsmittel aus einem polaren und einem nichtpolaren Lösungsmittel war, und das Bindemittelpolymer ein gewichtsmittleres Molekulargewicht von 8.000–150.000 sowie entweder eine Säurezahl von 0,5–15 mg KOH/g oder einen Polyalkylenglykolgehalt von 0,5–40 Gew.-%, oder beides besaß, enthielt. Insbesondere wenn das Polymer eine Säurezahl von 0,5–15 mg KOH/g und einen Polyalkylenglykolgehalt von 0,5–40 Gew.-% aufwies, besaß der resultierende Film weiterhin verbesserte Eigenschaften, das heißt einen Oberflächenwiderstand in der Größenordnung von $10^2 \Omega/\square$, eine Lichtdurchlässigkeit von mindestens 85% und eine Trübung von nicht mehr als 3%. Die erfundungsgemäße Zusammensetzung besaß eine gute Stabilität während der Lagerung.

60 Dazu gegensätzlich war mindestens eine der oben beschriebenen Eigenschaften (Leitfähigkeit oder geringer Widerstand, Lichtdurchlässigkeit und Trübung) bei jedem Vergleichsbeispiel herabgesetzt.

Die nachfolgenden Beispiele erläutern die zweite Ausführungsform der vorliegenden Erfindung unter Verwendung eines durch aktinische Strahlung härtbaren Bindemittels, welches eine Säurephosphatgruppen enthaltende (Meth)acrylatverbindung umfaßt.

65

Beispiel 12

Ein aus 1,4 Teilen Mono(2-methacryloyloxyethyl)säurephosphat (Phosmer PE, hergestellt von Uni-Che-

mical, enthaltend 4—5 Mole Polyethylenoxid pro Molekül) als Säurephosphatgruppen enthaltende Methacrylatverbindung, 13,6 Teilen Diethylenglykoldimethacrylat, 5 Teilen Trimethylolpropantriacylat und 10 Teilen eines Polyesteracrylatoligomeren bestehendes Bindemittel wurde zusammen mit 70 Teilen eines ITO-Pulvers, 150 Teilen eines gemischten Butanol-Xylol-Lösungsmittels (Butanol/Xylol-Gewichtsverhältnis = 4/6) und 250 Teilen Glaskügelchen in einen Behälter gegeben und die Mischung während 5 Stunden auf einem Farbschüttler gemahlen, während der Dispersionsgrad mittels einer Mahlanzeigevorrichtung überprüft wurde. Nach dem Mahlen wurden 3 Teile 2-Benzyl-2-dimethylamino-1-(4-morpholinophenyl)butanon-1 als Photoinitiator der resultierenden Dispersion zugegeben und darin vollständig aufgelöst. Dann wurden die Glaskügelchen entfernt, um eine viskose Flüssigkeit zu erhalten, bei der es sich um eine Dispersion des ITO-Pulvers handelte, welches gleichmäßig in einer Bindemittellösung verteilt war.

Eine Glasplatte wurde unter Verwendung einer Auftragsvorrichtung mit der oben erhaltenen, viskosen Flüssigkeit beschichtet, und nach Verdampfung des organischen Lösungsmittels wurde diese mit UV-Strahlung bei einer Dosis von 500 mJ/cm² unter Verwendung einer Hochdruck-Quecksilberlampe bestrahlt, wodurch ein 2 µm dicker, transparenter, gehärteter Film gebildet wurde.

Beispiel 13

Ein ITO-Pulver enthaltender, transparenter, gehärteter Film wurde in gleicher Weise, wie in Beispiel 12 beschrieben, gebildet, mit Ausnahme, daß die verwendeten Materialien 7,5 Teile der Säurephosphatgruppen enthaltenden Methacrylatverbindung, 7,5 Teile Diethylenglykoldimethacrylat, 5 Teile Trimethylolpropantriacylat, 10 Teile eines Polyesteracrylatoligomeren, 70 Teile eines ITO-Pulvers und 150 Teile des gemischten organischen Lösungsmittels waren.

Beispiel 14

Ein ITO-Pulver enthaltender, transparenter, gehärteter Film wurde in gleicher Weise, wie in Beispiel 12 beschrieben, hergestellt, mit der Ausnahme, daß die verwendeten Materialien 14 Teile der Säurephosphatgruppen enthaltenden Methacrylatverbindung, 1,0 Teil Diethylenglykoldimethacrylat, 5 Teile Trimethylolpropantriacylat, 10 Teile eines Polyesteracrylatoligomeren, 70 Teile eines ITO-Pulvers und 150 Teile des gemischten organischen Lösungsmittels waren.

Beispiel 15

Ein ITO-Pulver enthaltender, transparenter, gehärteter Film wurde in gleicher Weise, wie in Beispiel 12 beschrieben, hergestellt, mit der Ausnahme, daß die verwendeten Materialien 1,4 Teile der Säurephosphatgruppen enthaltenden Methacrylatverbindung, 2,5 Teile Acrylsäure, 11,1 Teile Diethylenglykoldimethacrylat, 5 Teile Trimethylolpropantriacylat, 10 Teile eines Polyesteracrylatoligomeren, 70 Teile eines ITO-Pulvers und 150 Teile des gemischten organischen Lösungsmittels waren.

Beispiel 16

Ein aus 12,6 Teilen Di(2-methacryloyloxyethyl)säurephosphat (MR-200, hergestellt von Daihachi Kagaku Kogyo) als Säurephosphatgruppen enthaltende Methacrylatverbindung, 2,4 Teilen Diethylenglykoldimethacrylat, 5 Teilen Trimethylolpropantriacylat und 10 Teilen eines Polyesteracrylatoligomeren bestehendes Bindemittel wurden zusammen mit 70 Teilen eines ITO-Pulvers, 150 Teilen des gleichen gemischten organischen Lösungsmittels, wie in Beispiel 12 verwendet, und 250 Teilen Glaskügelchen in einen Behälter gegeben und die Mischung während 5 Stunden auf einem Farbrüttler gemahlen, während der Dispersionsgrad mit einer Mahlanzeigevorrichtung überprüft wurde.

Danach wurde unter Befolgung der in Beispiel 12 angegebenen Arbeitsweise ein Photoinitiator zugesetzt, die Glaskügelchen entfernt und die resultierende Dispersion zur Bildung eines 2 µm dicken, transparenten, gehärteten Films auf einer Glasplatte verwendet.

Beispiel 17

Ein ITO-Pulver enthaltender, transparenter, gehärteter Film wurde in gleicher Weise, wie in Beispiel 12 beschrieben, gebildet, ausgenommen, daß die verwendeten Materialien 7,5 Teile der Säurephosphatgruppen enthaltenden Methacrylatverbindung, 2,0 Teile Trimethylolpropantriacylat, 5,5 Teile eines Polyesteracrylatoligomeren, 85 Teile eines ITO-Pulvers und 150 Teile des gemischten organischen Lösungsmittels waren,

Beispiel 18

Ein ITO-Pulver enthaltender, transparenter, gehärteter Film wurde in gleicher Weise, wie in Beispiel 12 beschrieben, gebildet, ausgenommen, daß die verwendeten Materialien 7,5 Teile der Säurephosphatgruppen enthaltenden Methacrylatverbindung, 7,5 Teile eines Polyurethanacrylatoligomeren, 85 Teile eines ITO-Pulvers und 150 Teile des gemischten organischen Lösungsmittels waren.

Vergleichsbeispiel 14

Ein ITO-Pulver enthaltender, transparenter, gehärteter Film wurde in gleicher Weise, wie in Beispiel 12 beschrieben, gebildet, ausgenommen, daß die verwendeten Materialien 3 Teile Acrylsäure, 12,0 Teile Diethylen-glykoldimethacrylat, 5 Teile Trimethylolpropantriacrylat, 10 Teile eines Polyesteracrylatoligomeren, 70 Teile eines ITO-Pulvers und 150 Teile des gemischten organischen Lösungsmittels waren.

Vergleichsbeispiel 15

Ein ITO-Pulver enthaltender, transparenter, gehärteter Film wurde in der gleichen Weise, wie in Beispiel 12 beschrieben, gebildet, ausgenommen, daß die verwendeten Materialien 10 Teile 2-Hydroxyethylmethacrylat 5,0 Teile Diethylenglykoldimethacrylat, 5,0 Teile Trimethylolpropantriacrylat, 10,0 Teile eines Polyesteracrylatoligomeren, 70 Teile eines ITO-Pulvers und 150 Teile des gemischten organischen Lösungsmittels waren.

Vergleichsbeispiel 16

Dieses Beispiel veranschaulicht die Verwendung einer Methacrylatverbindung welche eine neutrale Phosphatgruppe anstelle einer sauren bzw. Säurephosphatgruppe enthält.

Ein ITO-Pulver enthaltender, transparenter, gehärteter Film wurde in gleicher Weise, wie in Beispiel 12 beschrieben, gebildet, ausgenommen, daß die verwendeten Materialien 7,5 Teile Diphenyl-2-methacryloyloxyethylphosphat (MR-260, hergestellt von Daiichi Kagaku Kogyo) als eine neutrale Phosphatgruppe enthaltende Methacrylatverbindung, 7,5 Teile Diethylenglykoldimethacrylat, 5 Teile Trimethylolpropantriacrylat, 10 Teile eines Polyesteracrylatoligomeren, 70 Teile eines ITO-Pulvers und 150 Teile des gleichen gemischten organischen Lösungsmittels waren.

Die Säurezahlen der in den Beispielen 12 bis 18 und Vergleichsbeispielen 14 bis 16 verwendeten Bindemittel sind in Tabelle 2 gezeigt, zusammen mit den Prüfergebnissen (Gesamtlichtdurchlässigkeit im sichtbaren Bereich, Trübung, Oberflächenwiderstand und Bleistifthärte gemäß JIS C3003) des resultierenden, transparenten, gehärteten Films.

TABELLE 2

Beispiel Nr.	Bindemittel		ITO-Bindemittel-Gewichtsverhältnis	Oberflächenwiderstand (Ω/\square)	Filmeigenschaften		
	Vorliegen einer Säurephosphatgruppe	Säurezahl (mg KOH/g)			Gesamtlichtdurchlässigkeit (%)	Trübung (%)	Bleistifthärte
Beispiel 12	ja	15	70/30	9×10^3	86	1,5	5H
	ja	80	70/30	8×10^3	88	1,1	7H
	ja	150	70/30	4×10^4	88	1,2	6H
	ja	80	70/30	2×10^5	85	1,8	5H
	ja	80	70/30	6×10^4	86	1,5	5H
	ja	80	85/15	5×10^3	87	1,2	7H
	ja	80	85/15	6×10^3	87	1,1	9H
Vergleichsbeispiel 14	nein	80	70/30	9×10^7	68	29	H
15	nein	0	70/30	2×10^8	63	38	HB
16	nein	0	70/30	5×10^8	60	32	HB

Wie aus der Tabelle 2 ersichtlich, konnte ein leitfähiger Film mit geringem Widerstand, hoher Transparenz, hoher Kratzbeständigkeit, einem Oberflächenwiderstand im Größenbereich von 10^3 – $10^6\Omega/\square$, einer Lichtdurchlässigkeit von mindestens 85%, einer Trübung von nicht mehr als 2% und einer Bleistifthärte von 5H–9H aus einer radikalisch-polymerisierten Zusammensetzung gemäß der zweiten Ausführungsform der Erfindung hergestellt werden, welche ein ITO-Pulver, dispergiert in einer Bindemittellösung umfaßt, wobei das Bindemittel eine Säurephosphatgruppe enthaltende (Meth)acrylatverbindung enthielt.

Dazu gegensätzlich war mindestens eine der oben beschriebenen Eigenschaften bei jedem der Vergleichsbeispiele verschlechtert.

Patentansprüche

1. Zusammensetzung zur Bildung eines leitfähigen Films, welche ein in einer Bindemittellösung dispergiertes, zinnhaltiges Indiumoxidpulver umfaßt, wobei die Bindemittellösung ein in einem gemischten organischen Lösungsmittel aus mindestens einem polaren Lösungsmittel und mindestens einem nichtpolaren Lösungsmittel gelöstes Bindemittelpolymer mit einem gewichtsmittleren Molekulargewicht von 8.000 bis

150.000 umfaßt, wobei das Bindemittelpolymer aus der (a) ein Polymer, welches eine saure funktionelle Gruppe in einem solchen Anteil enthält, daß das Polymer eine Säurezahl von 0,5 bis 15 mg KOH/g besitzt, (b) ein Polymer, welches eine Polyalkylen glykolkette in einem Anteil von 0,5 bis 40 Gew.-% enthält, und (c) ein Polymer, welches eine saure funktionelle Gruppe in einem solchen Anteil enthält, daß das Polymer eine Säurezahl von 0,5 bis 15 mg KOH/g aufweist und eine Polyalkylen glykolkette in einem Anteil von 0,5 bis 40 Gew.-% enthält, umfassenden Gruppe gewählt ist.

5

2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei das Polymer (a) eine Säurezahl von 1,0 bis 10 mg KOH/g besitzt.

10

3. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei das Polymer (b) 2,0 bis 30 Gew.-% einer Polyalkylen glykolkette enthält.

15

4. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei das Polymer (c) eine Säurezahl von 1,0 bis 10 mg KOH/g besitzt und 2,0 bis 30 Gew.-% einer Polyalkylen glykolkette enthält.

5. Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei das zinnhaltige Indiumoxidpulver 1—15 At-% Sn, bezogen auf die Summe aus (In + Sn) enthält und einen durchschnittlichen primären Teilchendurchmesser von nicht größer als 0,2 µm besitzt.

6. Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei das Gewichtsverhältnis von zinnhaltigem Indiumoxidpulver zu Bindemittelpolymer im Bereich von 60 : 40 bis 90 : 10 liegt.

20

7. Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei das Gewichtsverhältnis von polarem Lösungsmittel zu nichtpolarem Lösungsmittel in dem gemischten organischen Lösungsmittel im Bereich von 0,5 : 9,5 bis 7 : 3 liegt.

8. Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, wobei das polare Lösungsmittel aus der Alkohole und Ketone umfassenden Gruppe und das nichtpolare Lösungsmittel aus der aromatische Kohlenwasserstoffe, alicyclische Kohlenwasserstoffe und aliphatische Kohlenwasserstoffe umfassenden Gruppe gewählt ist.

25

9. Zusammensetzung zur Bildung eines leitfähigen Films, welche ein in einer Bindemittellösung dispergiertes, zinnhaltiges Indiumoxidpulver umfaßt, wobei das Bindemittel ein durch aktinische Strahlung härtbares Bindemittel ist, welches eine Acrylat- oder Methacrylatverbindung, die im Molekül eine Säurephosphatgruppe enthält, umfaßt, wobei die Zusammensetzung durch Bestrahlung mit aktinischer Strahlung härtbar ist.

30

10. Zusammensetzung nach Anspruch 9, wobei die Acrylat- oder Methacrylatverbindung, welche eine Säurephosphatgruppe enthält, in einem Anteil von mindestens 2 Gew.-% des Gesamtgewichts des Bindemittels vorliegt.

35

11. Zusammensetzung nach Anspruch 9 oder 10, wobei das Bindemittel zusätzlich zu der eine Säurephosphatgruppe enthaltenden Acrylat- oder Methacrylatverbindung mindestens ein radikalisch polymerisierbares Monomer oder Oligomer welches keine Säurephosphatgruppe enthält, umfaßt.

12. Zusammensetzung nach Anspruch 11, wobei die eine Säurephosphatgruppe enthaltende Acrylat- oder Methacrylatverbindung in einem Anteil von 2 bis 50 Gew.-% des Gesamtgewichts des Bindemittels vorliegt.

40

13. Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 9 bis 12, wobei das Bindemittel eine Säurezahl von 1 bis 300 mg KOH/g besitzt.

14. Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 9 bis 13, wobei das zinnhaltige Indiumoxidpulver 1—15 At-% Sn, bezogen auf die Summe aus (In + Sn), enthält und einen durchschnittlichen primären Teilchendurchmesser von nicht mehr als 0,2 µm aufweist.

45

15. Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 9 bis 14, wobei das Gewichtsverhältnis von zinnhaltigem Indiumoxidpulver zu Bindemittel im Bereich von 60 : 40 bis 90 : 10 liegt.

16. Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 9 bis 15, wobei die Bindemittellösung weiterhin einen Photoinitiator in einem Anteil von 0,1—20 Gewichtsteilen je 100 Gewichtsteile des Bindemittels umfaßt.

50

17. Transparenter leitfähiger Film, hergestellt durch Beschichtung unter Verwendung der Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8.

18. Transparenter leitfähiger Film, hergestellt durch Beschichtung unter Verwendung der Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 9 bis 16.

55

60

65

- Leerseite -

THIS PAGE BLANK (USPTO)